

PCT/F 0 3 / 0 3 3 1 2

MAILED 1 9 JAN 2004

WIPO PCT

## BREVET D'INVENTION

## **CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION**

## **COPIE OFFICIELLE**

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le <u>1 2 NOV. 2003</u>

Pour le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS CONFORMÉMENT À LA RÈGLE 17.1.a) OU b)

BEST AVAILABLE COPY

INSTITUT National de La propriete Industrielle SIEGE 26 bis, rue de Saint Petersbourg 75800 PARIS cedox 08 Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04 Télécople : 33 (0)1 53 04 45 23







Code de la p

FICAT D'UTILITÉ	N° 11354°01
propriété intellectuelle - Livre VI	

REALISEM INSTITUT  NATIONAL DE  LA PROPRIETE			Code de la propriété intellectue	ille - Livre VI				
26 bis, rue de Saint Péters	bourg		REQUÊTE EN DÉLIVRA	INCE 1/2				
75800 Paris Cedex 08	_			BYCE 1/2				
7010p110110 : 01 05 07 00 (	in the second of	imporanting Kemp	lir impérativement la 2ème page.	!!				
REMISE DES PIÈCES	20 Reservé à l'INPI		Cet imprimé est à remplir lisiblement à l  NOM ET ADRESSE DU DEMANDE					
DATE 69 INPI L	YON		À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉI					
LIEU .	0213859		BEQUINES.	9				
N° D'ENREGISTREMENT	, , , , , , , , , , , , , , , , , , , ,		PECHINEY Martin SCHMIDT					
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'	INPI O C NOV SI	199	Immeuble "SIS"					
DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE	0 6 NOV. 21	NE	217 Cours Lafayette 69451 LYON CEDEX 06					
PAR L'INPI			09431 LION CEDEX 00					
Vos références po (facultatif) BR 352			•	8				
<del> </del>	n dépôt par télécopie [	N° attribué par l'I	NPI à la télécopie					
NATURE DE L	A DEMANDE	Cochez l'une des	4 cases suivantes					
Demande de b	revet	x		<del></del>				
Demande de c	ertificat d'utilité							
Demande divis	ionnaire	П						
1	Demande de brevet initiale	N°	Date   /	1 1				
		N°	-					
<u> </u>	de de certificat d'utilité inittale d'une demande de	N-	Date/_					
	o une demande de Demande de brevet initiale	L N°	Date/					
TITRE DE L'II	WENTION (200 caractères ou	espaces maximum)						
OBTENUS PA	AR CE PROCEDE							
DÉCLARATIO	N DE PRIORITÉ	Pays ou organisati	on					
1		Date	N°					
	DU BÉNÉFICE DE	Pays ou organisati						
1	DÉPÔT D'UNE	Date						
DEMANDE A	NTÉRIEURE FRANÇAISE	Pays ou organisati		•				
		t	utres priorités, cochez la case et ut	illiaan Illiaansian fa Calibaa				
DEMANDEU		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	<del></del>				
	nination sociale	<del> </del>	autres demandeurs, cochez la case	et utilisez l'imprime «Suite»				
	•	PECHINEY RHE	NALU .					
Prénoms								
Forme juridiqu	ie	SA		<del></del>				
N° SIREN	-		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·					
Code APE-NAI	•	11		<del></del>				
Adresse	Rue	7 place du Chance	elicr Adénauer					
	Code postal et ville	75116 PAI	RIS					
Pays		FRANCE						
Nationalité	no (facultatio	Française						
N° de télépho N° de télécop	<del>~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~</del>	<del> </del>						
	onique (facultatif)							
	•							



## BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

<del></del>	Begervé à l'INPI					
REMISE DES PIÈCES DATE 69 INPIL						
LIEU	0213859					
N° D'ENREGISTREMENT	कालका है का का भी का					
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L	INPL				DB 540 W / 190600	
Vos références po (facultatif)	our ce dossier :	BR 3522 MS	S/NC			
6 MANDATAIRE						
Nom		SCHMIDT			<u> </u>	
Prénom		Martin				
Cabinet ou So	PECHINEY	•				
N °de pouvoir de lien contra	10187 - LC	004A				
Adresse				217 Cours Lafayette		
	Code postal et ville	69451	LY	ON CEDEX 06		
N° de télépho	ne (facultatif)					
N° de télécop						
Adresse élect						
<b>INVENTEUR</b>	<b>(S)</b>					
Les inventeur	s sont les demandeurs	<u>                                    </u>			tion d'inventeur(s) séparée	
RAPPORT D	E RECHERCHE	Uniqueme	nt po	ur une demande de br <del>e</del> vet	(y compris division et transformation)	
	Établissement immédia					
	ou établissement différe	5				
Paiement éc	helonné de la redevance	Palement Oui Mon	en de	eux versements, uniqueme	nt pour les personnes physiques	
RÉDUCTION	N DU TAUX	Uniqueme	nt po	ur les personnes physique	s	
DES REDEV					nvention (joindre un avis de non-imposition)	
		Requise antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence):				
	z utilisé l'imprimé «Suite», nombre de pages jointes					
					VISA DE LA PRÉFECTURE	
	E DU DEMANDEUR				OU DE L'INPI	
OU DU WAI	NDATAIKE Ialité du signataire)					
Martin SCH		4			M. DUEZ	
		1. (				

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

# PROCEDE DE FABRICATION SIMPLIFIE DE PRODUITS LAMINES EN ALLIAGES Al-Zn-Mg, ET PRODUITS OBTENUS PAR CE PROCEDE

#### 5 Domaine technique de l'invention

La présente invention concerne les alliages de type Al-Zn-Mg à haute résistance mécanique, et plus particulièrement les alliages destinés à des constructions soudées telles que les structures employées dans le domaine de la construction navale, de la carrosserie automobile, du véhicule industriel et des réservoirs fixes ou mobiles.

#### Etat de la technique

10

25

30

Pour la fabrication de structures soudées, on emploie habituellement des alliages, d'aluminium des séries 5xxx (5056, 5083, 5383, 5086, 5186, 5182, 5054...) et 6xxx (6082, 6005A...). Les alliages 7xxx à basse teneur en cuivre, soudables (tels que 7020, 7108...) sont également adaptés pour la réalisation de pièces soudées dans la mesure où ils présentent de très bonnes propriétés mécaniques, y compris après soudage. Ces alliages sont cependant sujets à des problèmes de corrosion feuilletante (à l'état T4 et dans la zone affectée des soudures) et de corrosion sous contrainte (à l'état T6).

Les alliages de la famille 5xxx (Al-Mg) sont habituellement employés aux états H1x (écrouis), H2x (écrouis puis restaurés), H3x (écrouis et stabilisés) ou O (recuit). Le choix de l'état métallurgique dépend du compromis entre résistance mécanique, résistance à la corrosion et formabilité que l'on vise pour une utilisation donnée.

Les alliages 7xxx (Al-Zn-Mg) sont dits "à durcissement structural", ce qui signifie qu'ils acquièrent leurs propriétés mécaniques par précipitation des éléments d'addition (Zn, Mg). L'homme du métier sait que, pour obtenir ces propriétés mécaniques, la transformation à chaud par laminage ou filage est suivie d'une mise en solution, d'une

trempe et d'un revenu. Ces opérations, réalisées dans la majorité des cas de façon séparée, ont respectivement pour but de dissoudre les éléments d'alliage, de les maintenir sous forme de solution solide sursaturée à température ambiante, et enfin de les précipiter de façon contrôlée.

5

Les alliages des familles 6xxx (Al-Mg-Si) et 7xxx (Al-Zn-Mg) sont généralement employés à l'état revenu. Dans le cas des produits sous forme de tôles ou bandes, le revenu donnant le maximum de résistance mécanique est désigné T6, lorsque la mise en forme par laminage ou filage est suivie d'une mise en solution séparée et d'une trempe.

10

Pour le dimensionnement d'une structure, les paramètres qui gouvernent le choix de l'utilisateur sont essentiellement les caractéristiques mécaniques statiques, c'est-à-dire la résistance à la rupture  $R_m$ , la limite élastique  $R_{p0,2}$ , et l'allongement à la rupture A. D'autres paramètres qui entrent en jeu, en fonction des besoins spécifiques de l'application visée, sont les caractéristiques mécaniques du joint soudé, la résistance à la corrosion (feuilletante et sous contrainte) de la tôle et du joint soudé, la résistance à la fatigue de la tôle et du joint soudé, la résistance à la stabilité dimensionnelle après découpe ou soudage. Pour chaque utilisation visée, il faut trouver un compromis adapté entre ces différentes propriétés.

20

15

La possibilité de produire industriellement des produits laminés de qualité régulière avec un procédé de fabrication aussi simple que possible et un coût de production aussi bas que possible est également un facteur important pour le choix du matériau.

25

Pour les alliages 7xxx (Al-Zn-Mg), l'état de la technique propose plusieurs voies pour améliorer le compromis de propriétés.

Le brevet GB 1 419 491 (British Aluminium) divulgue un alliage soudable contenant 3,5 - 5,5 % de zinc, 0,7 - 3,0 % de magnésium, 0,05 - 0,30 % de zirconium, optionnellement jusqu'à 0,05 % chacun de chrome et manganèse, jusqu'à 0,10 % de fer, jusqu'à 0,075 % de silicium, et jusqu'à 0,25 % de cuivre.

L'article « New weldable AlZnMg alloys » de B.J. Young, paru dans Light Metals Industry, novembre 1963, mentionne deux alliages de composition :

Zn 5,0 % Mg 1,25 % Mn 0,5 % Cr 0,15 % Cu 0,4 % et

Zn 4,5 % Mg 1,2 % Mn 0,3 % Cr 0,2 %.

L'article mentionne l'utilisation de ce type d'alliages pour bennes de camion et construction maritime.

Le brevet FR 1 501 662 (Vereinigte Aluminium-Werke Aktiengesellschaft) décrit un alliage soudable de composition

Zn 5,78 % Mg 1,62 % Mn 0,24 % Cr 0,13 % Cu 0,02 % Zr 0,17 % utilisé sous forme de tôles d'épaisseur de 4 mm, après mise en solution pendant une heure à 480° C, trempe à l'eau et revenu en deux étapes (24 heures à 120 °C, puis 2, heures à 180 °C), pour la fabrication de blindages.

15

20

Le brevet US 5,061,327 (Aluminum Company of America) décrit un procédé de fabrication d'un produit laminé en alliage d'aluminium comportant la coulée d'une plaque, l'homogénéisation, le laminage à chaud, le réchauffage de l'ébauche à une température comprise entre 260 °C et 582 °C, son refroidissement rapide, un traitement de précipitation à une température comprise entre 93 °C et 288 °C, puis le laminage à froid ou à chaud à une température ne dépassant pas 288 °C.

#### Problème posé

Le problème auquel essaye de répondre la présente invention est tout d'abord d'améliorer le compromis de certaines propriétés d'alliages Al-Zn-Mg sous formes de tôles ou bandes, à savoir le compromis entre les caractéristiques mécaniques (déterminé sur le métal de base et sur le joint soudé), et la résistance à la corrosion (corrosion feuilletante et corrosion sous contrainte). Par ailleurs, on cherche à réaliser ces produits avec une gamme de fabrication aussi simple et fiable que possible, permettant de les fabriquer avec un coût de fabrication aussi bas que possible.

#### Objet de l'invention

Le premier objet de la présente invention est un procédé d'élaboration d'un produit laminé intermédiaire en alliage d'aluminium de type Al-Zn-Mg, comprenant les étapes suivantes :

a) on élabore par coulée semi-continue une plaque contenant (en pourcents massiques)

Mg 0,5 - 2,0	Mn < 1,0	Zn 3,0-9,0	Si < 0,50	Fe $< 0,50$
Cu < 0,50	Ti < 0,15	Zr < 0.20	Cr < 0.50	

le reste de l'aluminium avec ses inévitables impuretés, dans laquelle Zn/Mg > 1,7;

- b) on soumet ladite plaque à une homogénéisation et / ou à un réchauffage à une température  $T_1$ , choisie telle que  $500^{\circ}C \leq T_1 \leq (T_S 20^{\circ}C)$ , où  $T_S$  représente la température de brûlure de l'alliage,
- c) on effectue une première étape de laminage à chaud comprenant une ou plusieurs passes de laminage sur un laminoir à chaud, la température d'entrée T₂ étant choisie telle que (T₁ 30°C) ≤ T₂ ≤ (T₁ 5 °C), et le procédé de laminage étant conduit d'une façon à ce que la température de sortie T₃ soit telle que (T₁ 100°C) ≤ T₃ ≤ (T₁ 30 °C);
  - d) on refroidit la bande issue de ladite première étape de laminage à chaud par un moyen approprié à une température T<sub>4</sub>;
  - e) on effectue une seconde étape de laminage à chaud de ladite bande sur un laminoir tandem, la température d'entrée T<sub>5</sub> étant choisie telle que T<sub>5</sub> ≤ T<sub>4</sub> et 200°C ≤ T<sub>5</sub> ≤ 300°C, et le procédé de laminage étant conduit de façon à ce que la température de bobinage T<sub>6</sub> soit telle que (T<sub>5</sub> − 150°C) ≤ T<sub>6</sub> ≤ (T<sub>5</sub> − 50 °C).

25

30

20

5

Un deuxième objet est un produit obtenu par le procédé selon l'invention, éventuellement après des étapes complémentaires d'écrouissage à froid et / ou de traitement thermique, qui montre une limite d'élasticité  $R_{p0,2}$  d'au moins 250 MPa, une résistance à la rupture  $R_m$  d' au moins 280 MPa, et un allongement à la rupture d'au moins 8 %.

#### Objet de l'invention

Le premier objet de la présente invention est un procédé d'élaboration d'un produit laminé intermédiaire en alliage d'aluminium de type Al-Zn-Mg, comprenant les étapes suivantes :

a) on élabore par coulée semi-continue une plaque contenant (en pourcents massiques)

Mg 0,5-2,0	Mn < 1,0	Zn 3,0 – 9,0	Si < 0,50	Fe < 0,50
Cu < 0,50	Ti < 0,15	Zr < 0,20	Cr < 0.50	

le reste de l'aluminium avec ses inévitables impuretés, dans laquelle Zn/Mg > 1,7;

- b) on soumet ladite plaque à une homogénéisation et / ou à un réchauffage à une température  $T_1$ , choisie telle que  $500^{\circ}C \le T_1 \le (T_S 20^{\circ}C)$ , où  $T_S$  représente la température de brûlure de l'alliage,
- c) on effectue une première étape de laminage à chaud comprenant une ou plusieurs passes de laminage sur un laminoir à chaud, la température d'entrée  $T_2$  étant choisie telle que  $(T_1 30^{\circ}\text{C}) \leq T_2 \leq (T_1 5^{\circ}\text{C})$ , et le procédé de laminage étant conduit d'une façon à ce que la température de sortie  $T_3$  soit telle que  $(T_1 100^{\circ}\text{C}) \leq T_3 \leq (T_1 30^{\circ}\text{C})$ ;
  - d) on refroidit la bande issue de ladite première étape de laminage à chaud par un moyen approprié à une température T<sub>4</sub>;
  - e) on effectue une seconde étape de laminage à chaud de ladite bande sur un laminoir tandem, la température d'entrée  $T_5$  étant choisie telle que  $T_5 \le T_4$  et 200°C  $\le T_5 \le 300$ °C, et le procédé de laminage étant conduit de façon à ce que la température de bobinage  $T_6$  soit telle que  $(T_5 150$ °C)  $\le T_6 \le (T_5 50$  °C).

25

30

20

5

Un deuxième objet est un produit obtenu par le procédé selon l'invention, éventuellement après des étapes complémentaires d'écrouissage à froid et / ou de traitement thermique, qui montre une limite d'élasticité  $R_{p0,2}$  d'au moins 250 MPa, une résistance à la rupture  $R_m$  d'au moins 280 MPa, et un allongement à la rupture d'au moins 8 %. Préférentiellement,  $R_{p0,2}$  est d'au moins 290 MPa et  $R_m$  d'au moins 330 MPa

Un troisième objet est l'utilisation du produit obtenu par le procédé selon l'invention pour la fabrication de constructions soudées.

Un autre objet est la construction soudée réalisée avec au moins deux produits obtenus par le procédé selon l'invention, caractérisée en ce que sa limite d'élasticité R<sub>p0,2</sub> dans le joint soudé entre deux desdits produits est d'au moins 200 MPa.

#### Description des figures

10

La figure 1 présente une gamme de fabrication typique dans un diagramme temps - température. Les repères chiffrés correspondent aux différentes étapes de procédé :

(1)	Première étape de laminage à chaud
(2)	Refroidissement
(3)	Deuxième étape de laminage à chaud

- (4) Bobinage et refroidissement en bobine
- 15 La figure 2 présente les éprouvettes employées pour les essais de corrosion feuilletante.
  - La figure 3 présente les éprouvettes employées pour les essais de corrosion sous contrainte. Les cotes sont données en millimètres.
  - La figure 4 donne le principe de l'essai de traction lente (corrosion sous contrainte).
- La figure 5 compare la limite d'élasticité au sens L (points noirs reliés par la courbe noire) et la perte de masse lors d'un essai de corrosion feuilletante (barres) pour un produit intermédiaire selon l'invention et cinq traitements thermiques différents dudit produit intermédiaire.
  - La figure 6 compare la microdureté Vickers dans la zone soudée pour trois différents échantillons soudés.
- 25 La figure 7 compare la résistance à la déchirure Kr en fonction de l'extension de la fissure (« delta a », ce qui signifie Δ a) pour six tôles différentes.

La figure 8 compare la vitesse de propagation de fissures da/dn d'une tôle selon l'invention avec une tôle selon l'état de la technique.

#### 5 Description détaillée de l'invention

15

20

25

30

Sauf mention contraire, toutes les indications relatives à la composition chimique des alliages sont exprimées en pourcent massique. Par conséquent, dans une expression mathématique, « 0,4 Zn » signifie : 0,4 fois la teneur en zinc, exprimée en pourcent massique ; cela s'applique mutatis mutandis aux autres éléments chimiques. La désignation des alliages suit les règles the The Aluminum Association. Les états métallurgiques sont définis dans la norme européenne EN 515. Sauf mention contraire, les caractéristiques mécaniques statiques, c'est-à-dire la résistance à la rupture R<sub>m</sub>, la limite élastique R<sub>p0,2</sub>, et l'allongement à la rupture A, des tôles métalliques sont déterminées par un essai de traction selon la norme EN 10002-1.

La vitesse de propagation de fissures da/dN est déterminée selon la norme ASTM E647, la tolérance aux dommages K<sub>R</sub> selon la norme ASTM E 561, la corrosion exfoliante est déterminée selon la norme ASTM G34 (essai Exco) ou ASTM G85-A3 (essai Swaat); pour ces essais, ainsi que pour des essais encore plus spécifiques, des informations complémentaires sont données ci-dessous dans la description et dans les exemples.

La demanderesse a trouvé de façon surprenante qu'on peut fabriquer des produits laminés en alliage 7xxx qui montrent un très bon compromis de propriétés, notamment à l'état soudé, à l'aide d'un procédé simplifié, dans lequel la mise en solution, la trempe et le revenu sont réalisés au cours de la transformation à chaud par laminage.

Le procédé selon l'invention peut être mis en œuvre sur des alliages Al-Zn-Mg dans une large gamme de composition chimique : Zn 3,0-9,0 %, Mg 0,5-2,0 %, l'alliage pouvant également contenir Mn < 1,0 %, Si < 0,50 %, Fe < 0,50 %, Cu < 0,50 %, Cr < 0,50 %, Ti < 0,15 %, Zr < 0,20 %, ainsi que les inévitables impuretés.

La teneur en magnésium doit être comprise entre 0,5 et 2,0 % et préférentiellement entre 0,7 et 1,5 %. Au-dessous de 0,5 %, on obtient des propriétés mécaniques qui ne sont pas satisfaisantes pour beaucoup d'applications, et au-dessus de 2,0 %, on constate une détérioration de la résistance à la corrosion de l'alliage. Par ailleurs, au-dessus de 2,0 % de magnésium, la trempabilité de l'alliage n'est plus satisfaisante, ce qui nuit à l'efficacité du procédé selon l'invention.

5

10

15

La teneur en manganèse doit être inférieure à 1,0 % et préférentiellement inférieure à 0,60 %, pour limiter la sensibilité à la corrosion feuilletante et pour conserver une bonne trempabilité

La teneur en zinc doit être comprise entre 3,0 et 9,0 %, préférentiellement comprise entre et encore plus préférentiellement entre 4,0 et 6,0 %. Au-dessous de 3,0 %, les caractéristiques mécaniques sont trop faibles pour présenter un intérêt technique, et au-dessus de 9,0 %, on constate une détérioration de la résistance à la corrosion de l'alliage, ainsi qu'une dégradation de la trempabilité.

Le rapport Zn/Mg doit être supérieur à 1,7 pour permettre rester dans le domaine de composition qui bénéficie du durcissement structural.

20 La teneur en silicium doit être inférieure à 0,50 % afin de ne pas détériorer le comportement en corrosion ni la résistance à la déchirure. Pour ces mêmes raisons, la teneur en fer doit être également inférieure à 0,50 %.

La teneur en cuivre doit être inférieur à 0,50 % et préférentiellement inférieure à 0,25%, ce qui permet de limiter la sensibilité à la corrosion par piqures et de conserver une bonne trempabilité. La teneur en chrome doit être inférieure à 0,50 %, ce qui permet de limiter la sensibilité à la corrosion feuilletante et de conserver une bonne trempabilité. La teneur en titane doit être inférieure à 0,15 % et celle en zirconium inférieure à 0,20 %, afin d'éviter la formation de phases primaires néfastes; pour le Zr, on préfère ne pas dépasser 0,15 %.

L'ajout d'un ou plusieurs éléments choisis dans le groupe formé par Sc, Y, La, Dy, Ho, Er, Tm, Lu, Hf, Yb est avantageux; leur concentration ne devrait pas dépasser les valeurs suivantes:

Sc < 0,50 % et préférentiellement < 0,20 %

Y < 0,34 % et préférentiellement < 0,17 %

La < 0,10 % et préférentiellement < 0,05 %

Dy < 0,10 % et préférentiellement < 0,05 %

Ho < 0,10 % et préférentiellement < 0,05 %

Er < 0,10 % et préférentiellement < 0,05 %

10 Tm < 0,10 % et préférentiellement < 0,05 %

Lu < 0,10 % et préférentiellement < 0,05 %

Hf < 1,20 % et préférentiellement < 0,50 %

Yb < 0.50 % et préférentiellement < 0.25 %

On entend ici par « trempabilité » l'aptitude d'un alliage à être trempé dans un domaine assez large de vitesses de trempe. Un alliage dit facilement trempable est donc un alliage pour lequel la vitesse de refroidissement au cours de la trempe n'influe pas fortement sur les propriétés d'usage (telles que l'a résistance mécanique ou la résistance à la corrosion).

20

30

Le procédé selon l'invention comporte les étapes suivantes :

- (a) La coulée d'une plaque de laminage en alliage d'aluminium selon l'une des méthodes connues, ledit alliage ayant la composition indiqué ci-dessus ;
- (b) L'homogénéisation et / ou le réchauffage de cette plaque de laminage à une température T<sub>1</sub> comprise entre 500°C et (T<sub>S</sub> - 20°C), où T<sub>S</sub> représente la température de brûlure de l'alliage, pour une durée suffisante pour homogénéiser l'alliage et l'amener à une température convenable pour la suite du procédé;
  - (c) Une première étape de laminage à chaud de ladite plaque à l'aide d'un laminoir réversible, à une température d'entrée T₂ telle que (T₁ – 30°C) ≤ T₂ ≤ (T₁ – 5 °C), et le procédé de laminage étant conduit d'une façon à ce que la température de sortie T₃ soit telle que (T₁ – 100°C) ≤ T₃ ≤ (T₁ – 30 °C);

- (d) Le refroidissement de la bande issue de ladite première étape de laminage par un moyen approprié à une température T<sub>4</sub>;
- (e) Une seconde étape de laminage à chaud de ladite bande sur un laminoir tandem, la température d'entrée T₅ étant choisie telle que T₅ ≤ T₄ et 200°C ≤ T₅ ≤ 300°C, et le procédé de laminage étant conduit de façon à ce que la température de bobinage T₆ soit telle que (T₅ − 150°C) ≤ T₆ ≤ (T₅ − 50 °C).

5

15

20

La température de brûlure T<sub>S</sub> est une grandeur connue de l'homme du métier, qui la détermine par exemple par calorimétrie sur un échantillon brut de coulée.

10 Le refroidissement à l'étape (d) peut se faire par tout moyen approprié, tel que la convection naturelle, le flux d'air forcé ou l'aspersion.

Entre les étapes b) et c), c) et d), et d) et e), la température ne doit pas descendre audessous de la valeur spécifiée. En particulier, il est souhaitable que la température d'entrée au laminoir à chaud tandem soit sensiblement égale à la température de la bande après refroidissement, ce qui nécessite soit un transfert suffisamment rapide de la bande d'un laminoir à l'autre, soit, de façon préférée, un procédé en ligne. Dans une réalisation préférée du procédé selon l'invention, les étapes b), c) d) et e) sont effectuées en ligne, c'est-à-dire qu'un élément de volume de métal donné (sous forme de plaque de laminage ou de bande laminée) passe d'une étape à l'autre sans stockage intermédiaire susceptible de conduire à une baisse incontrôlée de sa température qui nécessiterait un réchauffage intermédiaire. En effet, le procédé selon l'invention est basé sur une évolution précise de la température au cours des étapes b), c), d) et e); la figure 1 illustre un mode de réalisation de l'invention. Selon les constatations de la demanderesse, le refroidissement n'a pas besoin d'être effectué par immersion de la bande dans de l'eau froide mais peut être plus lent. Le passage de la bande à travers une cellule de trempe par aspersion, suivie d'une cellule de trempe par convection naturelle ou forcée, donne de bons résultats.

30 Après le bobinage (étape e)), on peut laisser refroidir la bobine. Le produit issue de l'étape (e) peut être soumis à d'autres opérations telles que le laminage à froid, le

revenu, ou le découpage. Dans une réalisation avantageuse de l'invention, on soumet le produit laminé intermédiaire selon l'invention à un écrouissage à froid compris entre 1 % et 9 %, et / ou à un traitement thermique complémentaire comprenant un ou plusieurs paliers à des températures comprises entre 80 °C et 250 °C, ledit traitement thermique complémentaire pouvant intervenir avant, après ou au cours dudit écrouissage à froid.

Le procédé selon l'invention est conçu de façon à pouvoir effectuer en ligne trois opérations de traitement thermique qui sont habituellement effectuées séparément : la mise en solution (effectuée selon l'invention au cours de la première étape de laminage à chaud), la trempe (effectué selon l'invention lors du refroidissement de la bande), le revenu (effectué selon l'invention lors du refroidissement de la bobine). Plus particulièrement, le procédé selon l'invention peut être conduit de façon à ce qu'il ne soit pas nécessaire de réchauffer le produit une fois qu'il est entré dans le laminoir à chaud réversible, chaque étape dudit procédé se situant à une température plus basse que la précédente. Cela permet d'économiser de l'énergie. Le produit laminé intermédiaire obtenu par le procédé selon l'invention peut être utilisé tel quel, c'est-à-dire sans le soumettre à d'autres étapes de procédé qui modifient son état métallurgique; cela est préférable. Si nécessaire, il peut être soumis à d'autres étapes de procédé qui modifient son état métallurgique, tel qu'un laminage à froid.

Par rapport à un procédé qui effectue ces trois étapes séparément, le procédé selon l'invention peut conduire parfois, pour un alliage donné, à des caractéristiques mécaniques statiques légèrement moins bonnes. En revanche, dans certains cas, il conduit à une amélioration de la tolérance aux dommages, ainsi qu'à une amélioration de la résistance à la corrosion, surtout après le soudage. Ceci a été constaté en particulier pour un domaine de composition restreint, comme il sera expliqué par la suite. Le compromis de propriétés que l'on obtient avec le procédé selon l'invention est au moins aussi intéressant que celui que l'on obtient par un procédé de fabrication classique, dans lequel la mise en solution, la trempe et le revenu sont effectué séparément et qui conduit à l'état T6. En revanche, le procédé selon l'invention est beaucoup plus simple et moins coûteux que les procédés connus. Il conduit

avantageusement à un produit intermédiaire dont l'épaisseur est comprise entre 3 mm et 12 mm; au-dessus de 12 mm, le bobinage devient techniquement difficile, et au-dessous de 3 mm, outre les difficultés techniques du laminage à chaud dans cette zone d'épaisseur, la bande risque de se refroidir trop.

5

Comme cela sera expliqué ci-dessous, un domaine de composition préféré pour la mise en œuvre du procédé selon l'invention est caractérisé par Zn 4,0-6,0, Mg 0,7-1,5, Mn < 0,60, et préférentiellement Cu < 0,25. Des alliages préférés sont les alliages 7020, 7003, 7004, 7005, 7008, 7011, 7018, 7022 et 7108.

10

Une mise en œuvre particulièrement avantageuse du procédé selon l'invention se fait sur un alliage de type 7108 avec :  $T_1 = 550$  °C,  $T_2 = 540$  °C,  $T_3 = 490$  °C,  $T_4 = 270$  °C,  $T_5 = 270$  °C,  $T_6 = 150$  °C.

.

20

15

Les produits en alliages Al-Zn-Mg selon l'invention peuvent être soudés par tous les procédés de soudage connus, tels que le soudage MIG ou TIG, le soudage par friction, le soudage par laser, le soudage par faisceau d'électrons. Des essais de soudage ont été effectués sur des tôles avec un chanfrein en X, soudées par soudage MIG semi-automatique en courant lisse, avec un fil d'apport en alliage 5183. Le soudage a été effectué dans le sens perpendiculaire au laminage. Les essais mécaniques sur les éprouvette soudées ont été effectués selon une méthode préconisée par la société Det Norske Veritas (DNV) dans leur document «Rules for classification of Ships – Newbuildings – Materials and Welding – Part 2 Chapter 3 : Welding » de janvier 1996. Selon cette méthode, la largeur de l'éprouvette de traction est de 25 mm, le cordon est arasé symétriquement et la longueur utile de l'éprouvette ainsi que la longueur de l'extensomètre utilisé est donnée par (W+2.e) où le paramètre W désigne la largeur du cordon et le paramètre e désigne l'épaisseur de l'éprouvette.

30

25

Plus particulièrement, la demanderesse a constaté que le soudage MIG des produits selon l'invention conduit a des joints soudés caractérisés par une limite élastique et une limite à rupture plus grandes qu'avec un alliage fabriqué selon une gamme classique (T6). Ce résultat, qui se traduit par un net avantage pour les constructions mécanosoudées, c'est-à-dire les constructions dans lesquelles la zone soudée exerce un rôle structural, est surprenant dans la mesure où les propriétés statiques du métal non soudé sont plutôt plus faibles qu'à l'état T6.

5

La résistance à la corrosion du métal de base et des joints soudés a été évaluée à l'aide des essais SWAAT et EXCO. L'essai SWAAT permet l'évaluation de la tenue en corrosion (notamment en corrosion feuilletante) des alliages d'aluminium de façon générale. Il est décrit dans l'annexe A3 de la norme ASTM G85. Il s'agit d'un essai cyclique. Chaque cycle, d'une durée de deux heures, consiste en une phase d'humidification de 90 minutes (humidité relative de 98%) et une période d'aspersion de trente minutes, d'une solution composée (pour un litre) de sel pour eau de mer artificielle (voir le tableau 1 pour la composition, qui est conforme à la norme ASTM D1141) et de 10ml d'acide acétique glacial. Le pH de cette solution est compris entre 2,8 et 3,0. La température pendant toute la durée d'un cycle est comprise entre 48°C et 50°C. Dans cet essai, les échantillons à tester sont inclinés de 15° à 30° par rapport à la verticale. L'essai a été effectué avec une durée de 100 cycles.

Tableau 1 : composition du sel pour eau de mer artificielle

٠.;.

	NaCl	MgCl <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	CaCl <sub>2</sub>	KCl	NaHCO <sub>3</sub>	KBr	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	SrCl <sub>2</sub>	NaF
g/l	24,53	5,20	4,09	1,16	0,69	0,20	0,10	0,027	0,025	0,003

20

L'essai EXCO, d'une durée de 96 heures, est décrit dans la norme ASTM G34. Il est principalement destiné à établir la résistance à la corrosion feuilletante des alliages d'aluminium contenant du cuivre, mais peut également convenir pour les alliages Al-Zn-Mg (voir J.Marthinussen, S.Grjotheim, « Qualification of new aluminium alloys », 3<sup>rd</sup> International Forum on Aluminium Ships, Haugesund, Norvège, Mai 1998).

25

Pour ces deux types d'essai, des éprouvettes rectangulaires ont été utilisés, dont une face était protégée par une bande d'aluminium adhésive (afin de n'attaquer que l'autre face) et dont la face à attaquer était soit laissée telle quelle, soit usinée jusqu'à mi-

épaisseur sur la moitié de la surface de l'échantillon, et laissée pleine épaisseur sur l'autre moitié. Les schémas des éprouvettes utilisées pour chacun des essais sont donnés aux figures 2 (corrosion feuilletante) et 3 (corrosion sous contrainte).

5 La demanderesse a constaté que le produit selon l'invention présentait une tenue en corrosion feuilletante équivalente à celle que l'on obtient pour le produit standard (alliage identique ou voisin à l'état T6).

10

20

25

La résistance à la corrosion sous contrainte a été caractérisée à l'aide de la méthode de la traction lente (« Slow Strain Rate Testing »), décrite par exemple dans la norme ASTM G129. Cet essai est plus rapide et plus discriminant que les méthodes consistant à déterminer la contrainte du seuil de non rupture en corrosion sous contrainte. Le principe de l'essai en traction lente, schématisé en figure 4, consiste à comparer les propriétés de traction en milieu inerte (air du laboratoire) et en milieu agressif. La baisse des propriétés mécaniques statiques en milieu corrosif correspond à la sensibilité à la corrosion sous contrainte. Les caractéristiques de l'essai de traction les plus sensibles sont l'allongement à rupture A et la contrainte maximale (à striction) R<sub>m</sub>. On a utilisé l'allongement à rupture, qui est une grandeur nettement plus discriminante que la contrainte maximale. Il est toutefois nécessaire de s'assurer que la diminution des caractéristiques mécaniques statiques correspond effectivement à de la corrosion sous contrainte, définie comme action synergique et simultanée de la sollicitation mécanique et de l'environnement. Il a donc été suggéré d'effectuer également des essais de traction en milieu inerte (air du laboratoire), après une pré-exposition préalable de l'éprouvette, sans contrainte, au milieu agressif, pendant la même durée que l'essai de traction effectué dans ce milieu. La sensibilité à la corrosion sous contrainte est alors définie à l'aide d'un indice I défini comme :

$$I = \frac{A\%_{\text{Pr}e-Expo} - A\%_{\text{MillieuAgressif}}}{A\%_{\text{MillieuIngress}}}$$

Les aspects critiques de l'essai de traction lente concernent le choix de l'éprouvette de 30 traction, de la vitesse de déformation et de la solution corrosive. Une éprouvette de

forme échancrée avec un rayon de courbure de 100 mm, ce qui permet de localiser la déformation et de rendre l'essai encore plus sévère, a été utilisée. Elle a été prélevée dans le sens Long ou Travers-Long. Concernant la vitesse de sollicitation, il est reconnu, notamment sur les alliages Al-Zn-Mg (voir l'article « Corrosion sous contrainte de cristaux Al-5Zn-1,2Mg en milieu NaCl 30 g/l » par T. Magnin et C. Dubessy, paru dans les Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie, octobre 1985, pages 559 - 567), qu'une vitesse trop rapide ne permet pas aux phénomènes de corrosion sous contrainte de se développer, mais qu'une vitesse trop lente masque la corrosion sous contrainte. Dans un essai préliminaire, la demanderesse a déterminé la vitesse de déformation de 5.10<sup>-7</sup> s<sup>-1</sup> (correspondant à une vitesse de déplacement de la traverse de 4,5.10-4 mm/min) qui permet de maximiser les effets de la corrosion sous contrainte; c'est cette vitesse qui a été ensuite choisie pour l'essai. Concernant l'environnement agressif à utiliser, le même type de problème se pose dans la mesure où a tiennement agressif à utiliser, le même type de problème se pose dans la mesure où a tiennement agressif à utiliser, le même type de problème se pose dans la mesure où a tiennement agressif à utiliser, le même type de problème se pose dans la mesure où a tiennement agressif à utiliser, le même type de problème se pose dans la mesure où a tiennement agressif à utiliser, le même type de problème se pose dans la mesure où a tiennement agressif à utiliser, le même type de problème se pose dans la mesure où a tiennement agressif à utiliser, le même type de problème se pose dans la mesure où a tiennement agressif à utiliser, le même type de problème se pose dans la mesure où a tiennement agressif à utiliser de la mesure où a tiennement agressif à tiennement agress un milieu trop agressif masque la corrosion sous contrainte, mais où un environnement trop peu sévère ne permet pas de mettre en évidence de phénomène de corrosion. En vue de se rapprocher des conditions réelles d'utilisation, mais aussi de maximiser les les effets de corrosion sous contrainte, on a utilisé pour cet essai une solution d'eau de mersynthétique (voir spécification ASTM D1141, avec composition rappelée dans le tableau 1). Pour chaque cas, trois éprouvettes au moins ont été testées.

20

25

30

La demanderesse a trouvé que le procédé selon l'invention permet d'obtenir des produits qui, pour un domaine de composition restreint par rapport au domaine de composition dans lequel le procédé selon l'invention peut être mis en œuvre, à savoir Zn 4,0-6,0 %, Mg 0,7-1,5 %, Mn < 0,60 %, et Cu < 0,25 %, ont des caractéristiques microstructurales nouvelles. Ces caractéristiques microstructurales conduisent à des propriétés d'usage particulièrement intéressantes, et notamment à une meilleure résistance à la corrosion.

Dans ces produits selon l'invention, la largeur de la zone exempte de précipités (PFZ = precipitation-free zone) aux joints de grains est supérieure à 100 nm, préférentiellement comprise entre 100 à 150 nm, et encore plus préférentiellement de 120 à 140 nm; cette largeur est bien supérieure à celle des produits comparables selon l'état de la technique

(c'est à dire de même composition, même épaisseur et obtenus selon un procédé standard T6), pour lesquels cette valeur ne dépasse pas 60 nm. On constate également que les précipités de type MgZn<sub>2</sub> aux joints de grains ont une taille moyenne supérieure à 150 nm, et préférentiellement comprise entre 200 et 400 nm, alors que cette taille ne dépasse pas 80 nm dans les produits selon l'état de la technique. Par ailleurs, les précipités durcissants de type MgZn<sub>2</sub> sont nettement plus grossiers dans un produit selon l'invention que dans un produit comparable selon l'art antérieur. Ces analyses microstructurales quantitatives ont été effectuées par microscopie électronique à transmission avec une tension d'accélération de 120 kV sur des échantillons prélevées à mi-épaisseur dans le sens L-TL et amincies électrolytiquement par double jet dans un mélange 30 % HNO<sub>3</sub> + méthanol à -35 °C sous une tension de 20 V.

On constate également que le produit selon l'invention présente une structure granulaire fibrée, c'est à dire des grains dont l'épaisseur ou dont le rapport épaisseur / longueur est nettement plus faible que pour les produits selon l'état de la technique. A titre indicatif, pour un produit selon l'invention, les grains ont une taille dans le sens de l'épaisseur (travers-court) de moins de 30 µm et un rapport épaisseur / longueur de plus de 100 alors que pour un produit comparable selon l'état de la technique, les grains ont une taille dans le sens de l'épaisseur (travers-court) supérieure à 60 µm et un rapport épaisseur / longueur inférieur à 80.

Les tôles et bandes issues du procédé selon la présente invention, et notamment celles basées sur le domaine restreint de composition défini par Zn 4,0-6,0 %, Mg 0,7-1,5 %, Mn < 0,60 %, et préférentiellement Cu < 0,25 %, peuvent être avantageusement utilisés pour la construction de pièces d'automobiles, de véhicules industriels, de citernes routières ou ferroviaires, et pour la construction en milieu maritime.

Toutes les tôles et bandes issues du procédé selon la présente invention se prêtent particulièrement bien à la construction soudée; elles peuvent être soudées par tous les procédés de soudage connus qui conviennent à ce type d'alliages. On peut souder des tôles selon l'invention entre elles, ou avec d'autres tôles en aluminium ou alliage

d'aluminium, en utilisant un fil d'apport approprié. En soudant deux ou plusieurs tôles selon l'invention, il est possible d'obtenir des constructions présentant, après soudage, une limite d'élasticité (mesurée comme décrit ci-dessus) d'au moins 200 MPa. Dans une réalisation préférée, cette valeur est d'au moins 220 MPa. La résistance à la rupture du joint soudé est d'au moins 250 MPa, et dans une réalisation préférée d'au moins 280 MPa, et préférentiellement d'au moins 300 MPa, mesurée après une matûration d'au moins un mois. Dans une réalisation préférée, on obtient une zone affectée thermiquement qui montre une dureté d'au moins 110 HV, et encore plus préférentiellement d'au moins 115 HV; cette dureté est au moins aussi grande que celle des tôles de base qui a la dureté la moins élevée.

10

30

Le produit selon l'invention a de bonnes propriétés de tolérance au dommage. Dans une réalisation préférée de l'invention, le produit montre une ténacité en contrainte plane  $K_R$  au sens T-L, mesurée selon la norme ASTM E561 sur des éprouvettes de type CCT de largeur w = 760 mm et de longueur de fissure initiale  $2a_0 = 253$  mm, d'au moins 165 MPa $\sqrt{m}$  pour un  $\Delta a_{eff}$  de 60 mm, et préférentiellement d'au moins 175 MPa $\sqrt{m}$ . Sa résistance à la propagation de fissures en fatigue est comparable à celle des tôles utilisés actuellement comme revêtement de fuselage.

20 Le produit selon l'invention, et en particulier celui qui appartient au domaine de composition restreint défini par Zn 4,0 – 6,0 %, Mg 0,7 – 1,5 %, Mn < 0,60 %, Cu < 0,25 %, est ainsi apte à être utilisé comme élément structural devant répondre à des exigences particulières en tolérance au dommage (ténacité, résistance à la propagation de fissures en fatigue). En particulier, le produit selon l'invention est apte à être employé comme tôle de revêtement de fuselage, en assemblage classique (notamment riveté) ou en assemblage soudé.

L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples, qui n'ont toutefois pas de caractère limitatif. Les exemples 1 et 2 appartiennent à l'état de la technique. Les exemples 3 et 4 correspondent à l'invention. Chacun des exemples 5, 6 et 7 compare l'invention à l'état de la technique.

d'aluminium, en utilisant un fil d'apport approprié. En soudant deux ou plusieurs tôles selon l'invention, il est possible d'obtenir des constructions présentant, après soudage, une limite d'élasticité (mesurée comme décrit ci-dessus) d'au moins 200 MPa. Dans une réalisation préférée, cette valeur est d'au moins 220 MPa. La résistance à la rupture du joint soudé est d'au moins 250 MPa, et dans une réalisation préférée d'au moins 280 MPa, et préférentiellement d'au moins 300 MPa, mesurée après une matûration d'au moins un mois. Dans une réalisation préférée, on obtient une zone affectée thermiquement qui montre une dureté d'au moins 110 HV, et encore plus préférentiellement d'au moins 115 HV; cette dureté est au moins aussi grande que celle des tôles de base qui a la dureté la moins élevée.

10

30

Le produit selon l'invention a de bonnes propriétés de tolérance au dommage. Il peut être utilisé comme élément structural en construction aéronautique. Dans une réalisation préférée de l'invention, le produit montre une ténacité en contrainte plane K<sub>R</sub> au sens T-L, mesurée selon la norme ASTM E561 sur des éprouvettes de type CCT de largeur w = 760 mm et de longueur de fissure initiale 2a<sub>0</sub> = 253 mm, d'au moins 165 MPa√m pour un Δa<sub>eff</sub> de 60 mm, et préférentiellement d'au moins 175 MPa√m. Sa résistance à la propagation de fissures en fatigue est comparable à celle des tôles utilisés actuellement comme revêtement de fuselage.

20 Le produit selon l'invention, et en particulier celui qui appartient au domaine de composition restreint défini par Zn 4,0 – 6,0 %, Mg 0,7 – 1,5 %, Mn < 0,60 %, Cu < 0,25 %, est ainsi apte à être utilisé comme élément structural devant répondre à des exigences particulières en tolérance au dommage (ténacité, résistance à la propagation de fissures en fatigue). En particulier, le produit selon l'invention est apte à être employé comme tôle de revêtement de fuselage, en assemblage classique (notamment riveté) ou en assemblage soudé.

L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples, qui n'ont toutefois pas de caractère limitatif. Les exemples 1 et 2 appartiennent à l'état de la technique. Les exemples 3 et 4 correspondent à l'invention. Chacun des exemples 5, 6 et 7 compare l'invention à l'état de la technique.

#### Exemples

#### Exemple 1:

Cet exemple correspond à une gamme de transformation selon l'état de la technique. On a élaboré par coulée semicontinue deux plaques A et B. Leur composition est indiquée au tableau 2. L'analyse chimique des éléments a été effectué par fluorescence X (pour éléments Zn et Mg) et spectroscopie à étincelle (autres éléments) sur un pion obtenu à partir de métal liquide prélevé dans le chenal de coulée.

Les plaques de laminage ont été réchauffées pendant 22 heures à 530°C et laminées à chaud dès qu'elle avaient atteintes, en sortie du four, une température de 515°C. Les bandes laminées à chaud ont été bobinées à l'épaisseur 6 mm, le procédé étant conduit de façon à ce que la température, mesurée sur les rives de la bobine après l'enroulement complet (à mi-épaisseur de l'enroulement) soit comprise entre 265°C et 275°C, cette valeur étant la moyenne entre 2 mesures effectuées aux deux côtes de la bobine. Après laminage à chaud, les bobines ont été débitées et une partie des tôles obtenues a été laminée à froid jusqu'à l'épaisseur 4 mm.

Tableau 2

4

Alliage	Mg	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Zr	Ti	Cr
A	,				i			0,036	
В	1,15	4,95	0,006	0,04	0,10	0,13	0,11	0,011	0,05

20

25

Après laminage, toutes les tôles ont été mises en solution en four à air pendant 40 minutes à des températures comprises entre 460°C et 560°C, trempées à l'eau et tractionnées d'environ 2%. Une partie des produits ainsi obtenus a été caractérisée tel quel, à l'état T4, ce qui correspond à la Zone Affectée Thermiquement des soudures. L'autre partie a été soumise à un traitement de revenu T6 comprenant un palier de 4 heures à 100°C suivi d'un palier de 24 heures à 140°C.

Les produits à l'état T4 ont été caractérisés uniquement en corrosion feuilletante (tests EXCO et SWAAT) car il est connu (voir notamment l'article « The stress corrosion susceptibility of aluminum alloy 7020 welded sheets » par M.C. Reboul, B. Dubost et M. Lashermes, paru dans la revue Corrosion Science, vol 25, no 11, p. 999-1018, 1985) que c'est l'état le plus sensible à la corrosion feuilletante pour les alliages Al-Zn-Mg. Sur les produits à l'état T6, la limite élastique a été mesurée en sens Travers-Long et la tenue à la corrosion feuilletante (perte de masse après test SWAAT sur éprouvette pleine épaisseur ou sur éprouvette usinée à cœur sur la moitié de sa surface) a été évaluée. La sensibilité à la corrosion sous contrainte a été déterminée dans les deux directions, uniquement à l'état T6 car il est connu (voir l'article de Reboul et al. cité cidessus) que c'est l'état le plus sensible à la corrosion sous contrainte. Les résultats sont donnés dans les tableaux 3 et 4. La première lettre du repère de la tôle désigne la composition, la seconde la gamme de laminage (C = chaud à 6 mm, F = chaud + froid à 4 mm) et la dernière la température de mise en solution (B = basse à 500°C, H = haute à 560°C).

5

10

15

Tableau 3

			R <sub>p0,2 (TL)</sub>	Test S	Test SWAAT		Test SWAAT		
Repère	Epaisseur	Mise en	Etat T6	Usinée s	ur moitié	Pleine épaisseur			
Tôle	[mm]	solution	[MPa]	[∆m en	g/dm²]	[ $\Delta m$ en g/ $dm^2$ ]			
	;			T4	Т6	T4	Т6		
ACB	6mm	500°C	359	1.15	1.08	1.44	0.52		
ACH	OIIIII	560°C	362	0.80	0.76	1.24	0.56		
AFB	4mm	500°C	362	Non ca	ractérisé	1.14	0.30		
AFH	411111	560°C	362			1.10	0.58		
BCB	6mm	500°C	362	0.65	0.68	1.10	0.36		
BCH	OHIII	560°C	375	0.47	0.48	0.66	0.30		
BFB	4mm	500°C	362	Non ca	ractérisé	0.74	0.32		
BFH	4111111	560°C	365			0.52	0.32		

On observe que la sensibilité à la corrosion feuilletante est plus faible pour l'alliage selon la composition B (à procédé d'élaboration et conditions d'essai identiques). Cette sensibilité est nettement plus forte à l'état T4 qu'à l'état T6. Elle diminue lorsque la

température de mise en solution augmente ou lorsque l'alliage subit une étape de laminage à froid.

Tableau 4

Tôle	Epaisseur	Mise en	Sens de	A%	- A%	A%	I = Indice
	[mm]	solution	sollicitation	Air Labo	Eau de Mer	Pré-Expo	de CSC
ACB		500°C	Long	16.2	14.9	15.8	5.5%
	6mm		Travers	15.1	14.7	·15.1	2.6%
ACH		560°C	Long	16.7	15.1	16.3	7.2%
			Travers	14.7	13.4	14.5	7.5%
AFB	4mm	500°C	Long	17.0	15.3	16.1	4.7%
AFH		560°C	Long	16.2	15.5	16.4	5.5%
BCB		500°C	Long	16.1	14.2	16.1	11.8%
	6mm		Travers	17.0	15.6	16.8	7.0%
всн		560°C	Long	15.2	13.1	15.1	13.1%
			Travers	16.0	12.8	16.0	20.0%
BFB	4mm	500°C	Long	15.2	13.7	15.3	10.5%
BFH		560°C	Long	15.2	12.2	15.2	19.7%

On observe que la sensibilité à la corrosion sous contrainte (CSC) est plus élevée pour l'alliage selon la composition B. Cette sensibilité augmente avec la température de mise en solution.

#### 10 <u>Exemple 2</u>:

Les tôles issues de l'exemple 1, laminées à 6 mm et mises en solution à 560°C, désignées ACH et BCH, ont été soudées à l'état T6. La soudure s'est faite dans le sens Travers-Long, avec un chanfrein en X, par un procédé MIG semi-automatique en courant lisse, avec un fil d'apport en alliage 5183 (Mg 4,81 %, Mn 0,651 %, Ti 0,120 %, Si 0,035 %, Fe 0,130 %, Zn 0,001 %, Cu 0,001 %, Cr 0,075 %) de diamètre 1,2mm, fourni par la société Soudure Autogène Française.

Les éprouvettes de traction (largeur 25 mm, cordon arasé symétriquement, longueur utile de l'éprouvette et longueur de l'extensomètre égales à (W+2 e) où W désigne le largeur du cordon et e l'épaisseur de l'éprouvette) ont été prélevées dans le sens long, perpendiculairement à la soudure, de façon à ce que le joint se trouve au milieu. La

5

15

20

caractérisation s'est faite 19, 31 et 90 jours après soudage, car l'homme du métier sait que pour ce type d'alliages, les propriétés mécaniques après soudage augmentent fortement durant les premières semaines de maturation. Des éprouvettes usinées à miépaisseur sur la moitié de leur surface ont été également soumises aux tests SWAAT et EXCO. Les résultats sont présentés dans les tableaux 5 (pour les propriétés sur le métal de base à l'état T6) et 6 (propriétés sur le métal soudé).

Tableau 5

			Perte de masse Δm			Cotation en corrosion		
Tôle	R <sub>p0,2 (L)</sub>	$R_{m(L)}$	A% (L)	[g/dn	$n^2$	feuille	tante	
	[MPa]	[MPa]	[%]	SWAAT	EXCO	SWAAT	EXCO	
				100 cycles	96h	100 cycles	96h	
ACH	351	378	17	0.76	4.68	EA	EA	
BCH	351	376	16.9	0.48	3.25	Pc	Pc	

10

Tableau 6

	R <sub>p0,2</sub>	R <sub>m</sub>	R <sub>p0,2</sub> R <sub>m</sub>		R <sub>p0,2</sub>	R <sub>m</sub>	Cotation de la zone	
Tôle	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	sou	dée
	19 jour	s après	31 jours après		90 jours après		SWAAT	EXCO
	soud	lage	soud	lage	soudage		100 cycles	96h
ACH	216	346	219	354	236	358	EB	EB
BCH	194	321	197	325	218	328	EB	EB

On constate que l'alliage selon la composition B présente des propriétés mécaniques après soudage moins intéressantes que l'alliage selon la composition A. Après soudage, la résistance en corrosion feuilletante des deux alliages est dégradée par rapport au comportement du métal de base.

#### Exemple 3:

10

Cet exemple correspond à la présente invention. On a élaboré par coulée semicontinue une plaque C. Sa composition est identique à celle de la plaque B issue de l'exemple 1. La plaque a été laminée à chaud, après un réchauffage de 13 heures à 550°C (durée au palier) suivi d'un palier de laminage à 540°C. La première étape, au laminoir réversible, a amené la plaque à une épaisseur de 15,5 mm, la température de sortie du laminoir étant d'environ 490°C. La plaque laminée a ensuite été refroidie par aspersion et par convection naturelle jusqu'à une température de l'ordre de 260°C. A cette température, elle a été entrée dans un laminoir tandem (3 cages), laminée jusqu'à l'épaisseur finale de 6 mm, et bobinée. La température d'enroulement de la bobine, mesurée comme dans l'exemple 1, est de 150°C environ. Une fois refroidie naturellement, la bobine a été débitée en tôles. Celles ci ont été planées et n'ont subi aucune autre opération de déformation.

15 Comme aux exemples 1 et 2, les tôles obtenues (repère « C ») ont été caractérisées brutes de fabrication (caractéristiques mécaniques statiques sens Long et Travers-Long, corrosion feuilletante et sous contrainte) et après soudage (caractéristiques mécaniques statiques, corrosion feuilletante). Le soudage a été effectué simultanément au soudage de l'exemple 2, et selon la même méthode. Des éprouvettes usinées à mi-épaisseur sur la moitié de leur surface ont été soumises aux tests SWAAT et EXCO. Les résultats sont rassemblés dans les Tableaux 7 et 8 (tôles non soudées) et dans le Tableau 9 (tôles soudées).

Tableau 7

Repère	R <sub>p0,2</sub>	$R_{m}$	A% Perte de masse Δm en Cotation en corrosio			corrosion	
Tôle	[MPa]	[MPa]	[%]	g/dı	m²	feuille	tante
	•			SWAAT EXCO		SWAAT	EXCO
				100 cycles	96h	100 cycles	96h
	305 <sub>(L)</sub>	344 <sub>(L)</sub>	14.4 <sub>(L)</sub>	0.85	5.1	EA	EA/EB
С	330 (TL)	356 (TL)	13.3 <sub>(TL)</sub>				

Tableau 8

Repère	Epaisseur	Sens de	A%	A%	A%	I = Indice
Tôle	[mm]	sollicitation	Air Labo	Eau de Mer	Pré-Expo	de CSC
С	бтт	Travers	13.1	10.8	13.5	20%

Tableau 9

	R <sub>p0,2</sub>	R <sub>m</sub>	R <sub>p0,2</sub>	R <sub>m</sub>	$R_{p0,2}$	R <sub>m</sub>	Cotation of	le la zone
Tôle	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	sou	dée
	19 jour	19 jours après		31 jours après		90 jours après		EXCO
	soudage		soudage		soudage		100 cycles	96h
С	223	338	235	338	245	340	EB	EB

5

La tôle brute (non soudée) selon l'invention présente une résistance à la corrosion feuilletante inférieure à celle de la tôle BCH, fabriquée à partir de la même composition mais avec un procédé de fabrication beaucoup plus complexe. En revanche, sa résistance en corrosion sous contrainte est équivalente.

10 Après soudage, la tôle selon l'invention présente une résistance mécanique très nettement supérieure à celle des tôles ACH et BCH élaborées avec un procédé selon l'art antérieur. Sa résistance à la corrosion feuilletante sur joint soudé est équivalente.

On constate que le procédé selon l'invention effectue le bobinage à une température d'environ 120 °C inférieure au procédé selon l'état de la technique de l'exemple 1.

#### Exemple 4:

La tôle repérée « C » issue de l'exemple 3 a été soumise a des traitements thermiques complémentaires de type revenu à une température de 140°C. Les échantillons ainsi obtenus ont ensuite été caractérisés comme dans l'exemple 3 (caractéristiques mécaniques statiques sens L et corrosion feuilletante). Les résultats sont rassemblés au tableau 10 et sur la figure 5 (les points noirs et la ligne noire correspondent à la limite d'élasticité, et les barres à la perte de masse lors de l'essai SWAAT).

10

15

Tableau 10

			A% (L)	Perte de ma	sse Δm en	Cotation en corrosion
Traitement	R <sub>p0,2 (L)</sub>	R <sub>m (L)</sub>		g/dı	m²	feuilletante
thermique	[MPa]	[MPa]	[%]	SWAAT	EXCO	SWAAT -
				100 cycles	96h	100 cycles
Aucun (« C »)	305	344	14.4	0.85	5.1	EA 🚉
3h 140°C	299	336	15.1	0.97	5.0	EA
6h <sub>.</sub> 140°C	294	332	15.3	0.89	5.2	Pc/EA
9h 140°C	297	335	15.3	0.69	4.0	Pc/EA
12h 140°C	293	332	15.3	0.71	4.1	Pc/EA
15h 140°C	289 .	330	15.5	0.67	3.8	Pc

Ce résultat montre que le comportement en corrosion feuilletante du produit selon l'invention peut être très sensiblement amélioré par un simple traitement complémentaire de revenu ou bien par une température de bobinage légèrement plus élevée, et ce probablement sans dégradation des propriétés mécaniques après soudage.

#### Exemple 5:

La microstructure des échantillons ACH, BCH, BFH et C des exemples 1, 2 et 3 a été caractérisée par microscopie électronique à balayage avec canon à émission de champ (FEG-SEM, en mode BSE (électrons rétrodiffusés), tension d'accélération 15 kV, diaphragme 30 µm, distance de travail 10 mm, effectué sur coupe polie au sens de prélèvement L-TC avec dépôt conducteur Pt/Pd) et par microscopie électronique à transmission (TEM, sens de prélèvement L-TL, préparation de lames par amincissement électrochimique à double jet avec 30 % HNO<sub>3</sub> dans du méthanol à -35°C avec un potentiel de 20 V). Tous les échantillons étaient prélevées à mi-épaisseur de la tôle.

10

15

25

5

On observe des différences importantes entre les échantillons ACH, BCH et BFH d'une part, et l'échantillon C d'autre part :

- La largeur de la zone exempte de précipités (PFZ = precipitation-free zone) aux joints de grains est de l'ordre de 25 à 35 nm dans les échantillons ACH, BCH et BFH, alors qu'elle est de l'ordre de 120 à 140 nm dans l'échantillon C.
- Les précipités de type MgZn<sub>2</sub> aux joints de grains ont une taille moyenne de l'ordre de 30 à 60 nm dans les échantillons ACH, BCH et BFH, alors qu'ils ont une taille moyenne comprise entre 200 et 400 nm dans l'échantillon C.

#### 20 Exemple 6:

Une tôle ACH, une tôle BCH (élaborées comme décrit dans l'exemple 1) et une tôle C (élaborée selon l'invention comme décrit dans l'exemple 3) ont été soudées dans le sens TL (Travers-Long) comme décrit dans les exemples 2 et 3. Sur une coupe polie à travers le joint soudé (plan TC-L), on a ensuite déterminé la microdureté du joint par des mesures successives disposées sur une droite perpendiculaire au joint. On trouve les valeurs indiquées sur le tableau 11 et la figure 6. Le paramètre Dist [mm] indique la distance du point de mesure par rapport au cœur du cordon de soudure. Les valeurs de dureté sont données en Hv (Dureté Vickers).

Tableau 11

Dist	- 19	-18	-17	16	15	7		7	,	~	-		
				-16	-15	-14	-12	-11	-10	-9	-8	-7	-6,5
ACH	128	125	129	128	125	124	127	113	120	114	115	111	113
BCH	125	123	130	126	131	124	123	121	107	109	111	104	114
С	107	114	113	116	109	110	104	104	107	105	102	103	104
Dist	-6	-5,5	-5	-4,5	-4	-3,5	-3	-2,5	-2	-1,5	-1	-0,5	0
ACH	112	110	110	109	109	107	113	112	111	118	111	110	107
ВСН	109	109	109	112	110	108	106	109	107	111	105	75	74
С	112	121	119	118	118	119	118	111	110	115	118	94	87
Dist	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5	5,5	6	7
ACH	110	108	113	113	117	120	125	114	112	111	115	119	118
BCH	81	77	109	105	106	99	109	109	115	107	104	108	112
С	88	89	115	111	112	115	116	119	120	123	122	117	101
Dist	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18		
ACH	123	127	133	125	139	140	135	134					i i i i i i i i i i i i i i i i i i i
BCH	111	117	107	128	124	134	131	135	129	130	135		
С	102	104	103	108	105	109	104	109	105	106	109		

On constate une influence du procédé de fabrication de la tôle de base sur les caractéristiques du joint soudé obtenu avec cette tôle de base : un joint soudé élaboré avec une tôle C, fabriquée par le procédé selon l'invention, montre une dureté nettement plus élevée dans la zone affectée thermiquement (HAZ = heat-affected zone) du joint de soudure (Dist = [-5,5, -1,5] et [+1,5, +5,5]) qu'un joint soudé élaboré avec une tôle BCH, de même composition mais fabriquée selon un procédé connu. Par ailleurs, la zone affectée thermiquement présente une dureté supérieure à celle du métal de base pour la tôle C fabriquée par le procédé selon l'invention, ce qui est tout à fait inhabituel.

10

#### Exemple 7:

On a préparé des tôles en alliage 6056 plaquées des deux faces avec l'alliage 1300, selon le procédé décrit dans l'exemple 3 de la demande de brevet EP 1 170 118 A1. La composition chimique de l'âme en 6056 est donnée au tableau 12. On compare ces produits avec la tôle C de l'exemple 3 de la présente demande brevet.

On a déterminé la ténacité en contrainte plane au sens T-L selon la norme ASTM E561 sur des éprouvettes de type CCT de largeur w=760 mm et de longueur de fissure initiale  $2a_0=253$  mm. L'épaisseur des éprouvettes est indiquée dans le tableau 12. L'essai permet de définir la courbe R du matériau, donnant la résistance à la déchirure  $K_R$  en fonction de l'extension de la fissure  $\Delta a$ . Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 13 et sur la Figure 7.

On a également déterminé la vitesse de propagation de fissures da/dn selon la norme ASTM E 647 au sens T-L pour R = 0,1 sur une éprouvette de type CCT de largueur w = 400 mm avec une longueur de fissure initiale 2a0 = 4 mm, à une fréquence f = 3 Hz. Les éprouvettes étaient taillées dans la pleine épaisseur des tôles. Les résultats sont rassemblés sur la Figure 8.

20

10

Tableau 12

Tôle	Fe	Si	Cu	Mn	Epaisseur tôle	Epaisseur éprouvette
	[%]	[%]	[%]	[%]	plaquée [mm]	courbe R [mm]
6056-1	0,14	1,01	0,61	0,55	4,5	4,5
6056-2	0,07	0,83	0,66	0,60	3,2	3,2
6056-3	0,07	0,83	0,66	0,60	3,2	3,2
6056-4	0,12	0,85	0,67	0,59	7	5,5 (*)
6056-5	0,12	0,85	0,67	0,59	7	5,5 (*)

NOTE: teneur en Zr 0,1 % et teneur en Mg 0,7 % pour toutes les cinq tôles.

(\*) Obtenu par usinage symétrique

27

Tableau 13

tôle	С	6056-1	6056-2	6056-3	6056-4	6056-5							
$\Delta a_{\rm eff}[mm]$		Ténacité en contrainte plane K <sub>R</sub> [MPa√m]											
10	87	90	81	88	86	82							
20	117	109	106	111	105	99							
30	138	121	124	128	117	110							
40	156	130	139	141	124	118							
50	170	137	152	153	129	125							
60	182		163	164	133	131							
70	193		173	173	135	136							
80	203		183	182	136	140							

On constate que le produit selon l'invention montre une meilleure ténacité en contrainte plane K<sub>R</sub> qu'un produit de référence connu, alors que la vitesse de propagation de fissures da/dN (T-L) aux valeurs de  $\Delta$ K élevées est sensiblement comparable.

· Ŧ.

رسمار سمارت

#### Revendications

5

15

1) Procédé d'élaboration d'un produit laminé intermédiaire en alliage d'aluminium de type Al-Zn-Mg, comprenant les étapes suivantes :

a) on élabore par coulée semi-continue une plaque contenant (en pourcents massiques)

Mg 0,5-2,0 Mn < 1,0

Zn 3,0 - 9,0

Si < 0.50

Fe < 0.50

Cu < 0.50

Ti < 0.15

Zr < 0.20

Cr < 0.50

le reste de l'aluminium avec ses inévitables impuretés, dans laquelle Zn/Mg>1,7,

b) on soumet ladite plaque à une homogénéisation ou un réchauffage à une température  $T_1$ , choisie telle que 500 °C  $\leq T_1 \leq (T_S - 20$ °C), où  $T_S$  représente la température de brûlure de l'alliage,

- c) on effectue une première étape de laminage à chaud comprenant une ou plusieurs passes de laminage sur un laminoir à chaud, la température d'entrée  $T_2$  étant choisie telle que  $(T_1 30^{\circ}C) \le T_2 \le (T_1 5^{\circ}C)$ , et le procédé de laminage étant conduit d'une façon à ce que la température de sortie  $T_3$  soit telle que  $(T_1 100^{\circ}C) \le T_3 \le (T_1 30^{\circ}C)$ ;
- d) on refroidit rapidement la bande issue de ladite première étape de laminage à chaud à une température T<sub>4</sub>;
- e) on effectue une seconde étape de laminage à chaud de ladite bande sur un laminoir tandem, la température d'entrée T₅ étant choisie telle que T₅ ≤ T₄ et 200 °C ≤ T₅ ≤ 300 °C, et le procédé de laminage étant conduit de façon à ce que la température de bobinage T₆ soit telle que

$$(T_5 - 150$$
°C)  $\leq T_6 \leq (T_5 - 50$  °C).

25

2) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la teneur en zinc de l'alliage est comprise entre 4,0 et 6,0 %, la teneur en Mg est comprise entre 0,7 et 1,5 %, et la teneur en Mn est inférieure à 0,60 %.

30 3) Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que Cu < 0,25 %.

- 4) Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'alliage est choisi dans le groupe formé par les alliages 7020, 7108, 7003, 7004, 7005, 7008, 7011, 7022.
- 5) Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'alliage contient en plus un ou plusieurs des éléments choisie dans le groupe formé par Sc, Y, La, Dy, Ho, Er, Tm, Lu, Hf, Yb avec une concentration ne dépassant pas les valeurs suivantes :

Sc < 0,50 % et préférentiellement < 0,20 %,

· Y < 0,34 % et préférentiellement < 0,17 %,

La, Dy, Ho, Er, Tm, Lu < 0,10 % chaque et préférentiellement < 0,05 % chaque, Hf < 1,20 % et préférentiellement < 0,50 %,

Yb < 0,50 % et préférentiellement < 0,25 %.

20

25

6) Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que ledit 15 produit laminé intermédiaire a une épaisseur comprise entre 3 mm et 12 mm.

٠ **١**٠

- 7) Procédé selon une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que ledit produit laminé intermédiaire est soumis à un écrouissage à froid compris entre 1 % et 9 %, et / ou à un traitement thermique complémentaire comprenant un ou plusieurs paliers à des températures comprises entre 80°C et 250°C, ledit traitement thermique complémentaire pouvant intervenir avant, après ou au cours dudit écrouissage à froid.
- 8) Produit obtenu par le procédé selon une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que sa limite d'élasticité R<sub>p0,2</sub> est au moins 250 MPa, sa résistance à la rupture R<sub>m</sub> est au moins 280 MPa, et son allongement à la rupture est au moins 8 %.
- 9) Produit selon la revendication 8, caractérisé en ce que sa limite d'élasticité R<sub>p0,2</sub> est
   30 au moins 290 MPa et que sa résistance à la rupture R<sub>m</sub> est au moins 330 MPa.

- 10) Produit selon une quelconque des revendications 7 à 9, caractérisé en ce que la largeur des zones exemptes de précipités aux joints de grains est supérieure à 100 nm, préférentiellement comprise entre 100 nm et 150 nm et encore plus préférentiellement comprise entre 120 nm et 140 nm.
- 5 11) Produit selon la revendication 10, caractérisé en ce que les précipités de type MgZn<sub>2</sub> aux joints de grains ont une taille moyenne supérieure à 150 nm, et préférentiellement comprise entre 200 nm et 400 nm.
  - 12) Utilisation d'un produit laminé selon une quelconque des revendications 8 à 11 pour la fabrication de constructions soudées.
- 13) Utilisation d'un produit laminé selon une quelconque des revendications 8 à 11 pour la construction de citernes routières ou ferroviaires.
  - 14) Utilisation d'un produit laminé selon une quelconque des revendications 8 à 11 pour la construction de véhicules industriels.
- 15) Utilisation d'un produit laminé selon une quelconque des revendications 8 à 11 pour
  la fabrication de pièces d'automobiles.
  - 16) Utilisation d'un produit laminé selon une quelconque des revendications 8 à 11 comme élément structural en construction aéronautique.
  - 17) Utilisation selon la revendication 16, dans laquelle ledit élément structural est une tôle de revêtement de fuselage.
- 20 18) Utilisation selon une quelconque des revendications 13 à 17, dans laquelle au moins deux desdits éléments structuraux sont assemblés par soudage.
  - 19) Construction soudée réalisés avec au moins deux produits selon une quelconque des revendications 8 à 11, caractérisé en ce que sa limite d'élasticité R<sub>p0,2</sub> dans le joint soudé entre deux desdits produits est d'au moins 200 MPa.

- 20) Construction soudée selon la revendication 19, dans laquelle la limite d'élasticité R<sub>p0,2</sub> dans le joint soudé entre deux desdits produits est d'au moins 220 MPa.
- 21) Construction soudée réalisés avec au moins deux produits selon l'une quelconque des revendications 8 à 11, caractérisé en ce que sa résistance à la rupture R<sub>m</sub> dans le joint soudé entre deux desdits produits est d'au moins 250 MPa.

5

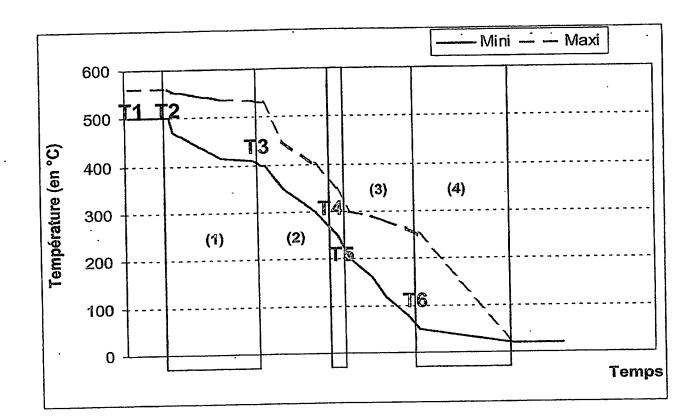
10

- 22) Construction soudée selon la revendication 21, dans laquelle la résistance à la rupture R<sub>m</sub> dans le joint soudé entre deux desdits produits est d'au moins 300 MPa.
- 23) Construction soudée selon l'une des revendications 19 à 22, dans laquelle la dureté dans la zone affectée thermiquement est supérieure ou égale à 110 HV, et préférentiellement supérieure ou égale à 115 HV.
- 24) Construction soudée selon la revendication 23, dans laquelle la dureté dans la zone affectée thermiquement est au moins aussi grande que la dureté de celles des tôles de base qui a la dureté la moins élevée.

---

Figure 1:

1



••

••

. . . .

Figure 2:

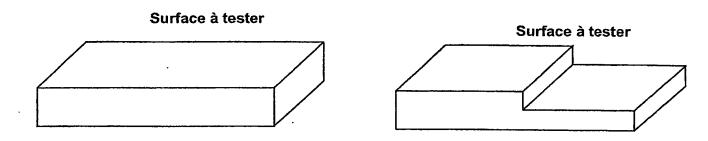


Figure 3:

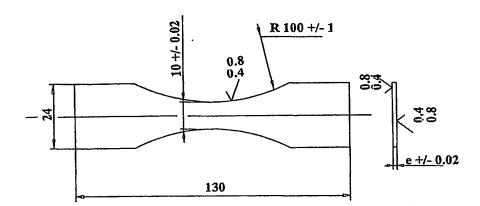
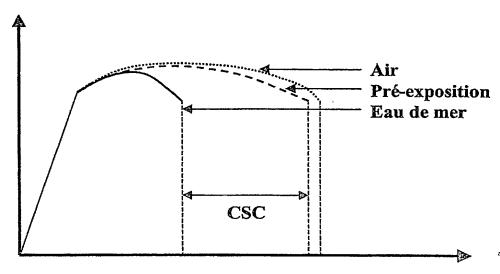


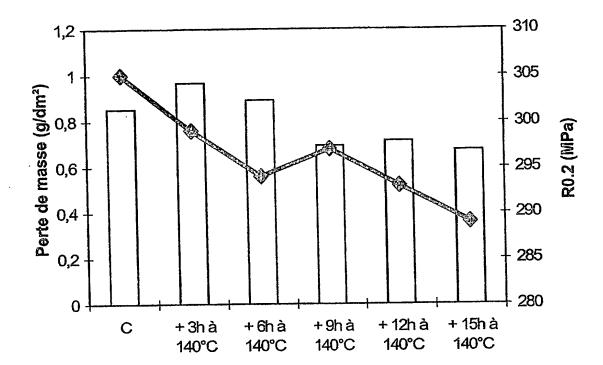
Figure 4:





**Déformation** 

Figure 5:



--. -

. . .

••

Figure 6:

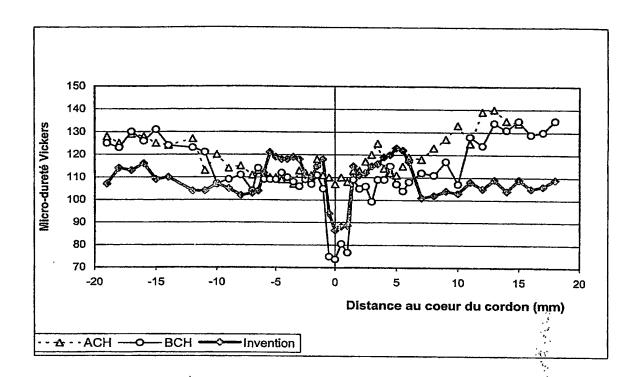


Figure 7:

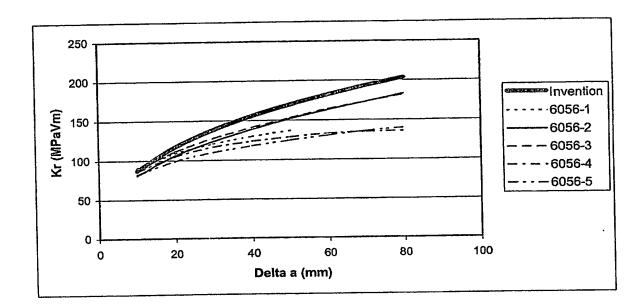
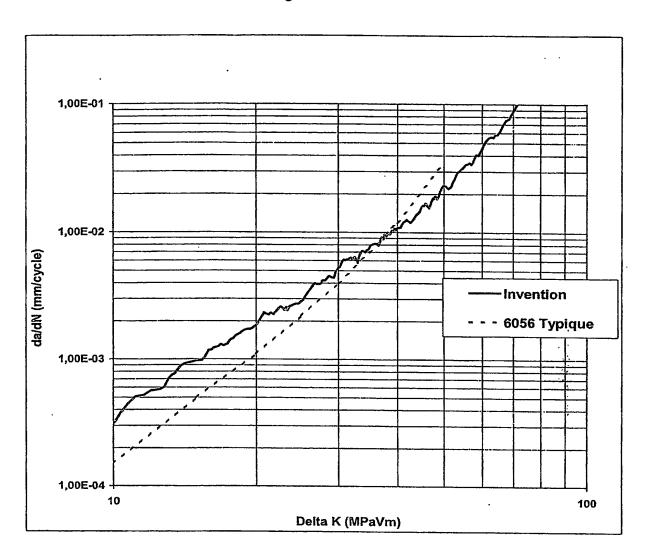


Figure 8:





## BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ



Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

#### DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg 75800 Paris Cedex 08

Martin SCHMIDT

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° J../2.. (Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire OB 113 W /260899 BR 3522 MS/NC Vos références pour ce dossier (facultatif) 07 13859 **N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL** TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) PROCEDE DE FABRICATION SIMPLIFIE DE PRODUITS LAMINES EN ALLIAGES Al-Zn-Mg,ET PRODUITS OBTENUS PAR CE PROCEDE LE(S) DEWANDEUR(S): **PECHINEY** Monsieur Martin SCHMIDT Immeuble "SIS" 217 Cours Lafayette 69451 LYON CEDEX 06 DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages). DIF Nom Ronan Prėnoms 8 chemin du Veyron - La Flamenchère Rue Adresse SAINT-ETIENNE DE SAINT-GEOIRS Code postal et ville Société d'appartenance (facultatif) **EHRSTROM** Nom Jean-Christophe Prėnoms 5 Place des Jacobins Rue Adresse **ECHIROLLES** 38130 Code postal et ville Société d'appartenance (facultatif) GRANGE Nom Bernard Prénoms 886 Chemin de Pardines Rue Adresse **ISSOIRE** 63500 Code postal et ville Société d'appartenance (facultatif) DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) **OU DU WANDATAIRE** (Nom et qualité du signatairé) 6 Novembre 2002

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.



## **BREVET D'INVENTION** CERTIFICAT D'UTILITÉ



Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

#### DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08 Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 2../2..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprime est à remplir lisiblement à l'encre noire OB 113 W /260899 Vos références pour ce dossier BR 3522 MS/NC (facultatif) 02 13859 **N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL** TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) PROCEDE DE FABRICATION SIMPLIFIE DE PRODUITS LAMINES EN ALLIAGES Al-Zn-Mg,ET PRODUITS **OBTENUS PAR CE PROCEDE** LE(S) DEMANDEUR(S): **PECHINEY** Monsieur Martin SCHMIDT Immeuble "SIS" 217 Cours Lafayette 69451 LYON CEDEX 06 DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages). HOCHENEDEL **Prénoms** Vincent 17 Domaine du Clos - Route de Solignat Rue Adresse Code postal et ville 63500 ISSOIRE Société d'appartenance (facultatif) RIBES Nom Prénoms Hervé Les Pradets - 20 rue de la Liberté Rue Adresse **ISSOIRE** Code postal et ville 63500 Société d'appartenance (facultatif) Nom Prénoms Rue Adresse Code postal et ville Société d'appartenance (facultatif) DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) **OU DU MANDATAIRE** (Nom et qualité du signataire) 6 Novembre 2002 Martin SCHMIDT

La loi nº78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichlers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

### **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

□ BLACK BORDERS
□ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
□ FADED TEXT OR DRAWING
□ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
□ SKEWED/SLANTED IMAGES
□ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
□ GRAY SCALE DOCUMENTS
□ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
□ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
□ OTHER:

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.